

EUROPEAN PATENT OFFICE

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 58049431
PUBLICATION DATE : 23-03-83

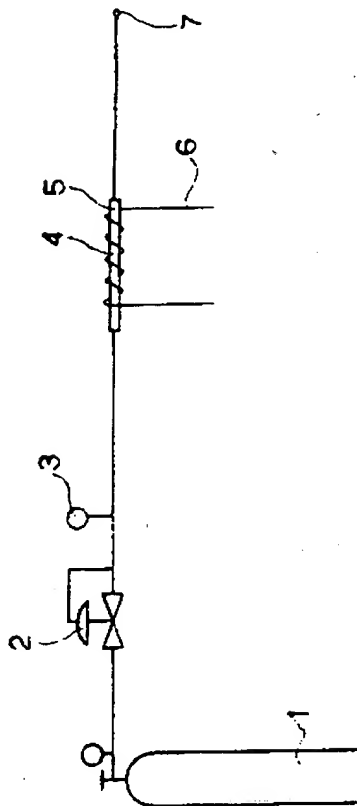
APPLICATION DATE : 17-09-81
APPLICATION NUMBER : 56145580

APPLICANT : DENKI KAGAKU KEIKI CO LTD;

INVENTOR : MAEDA TSUNEAKI;

INT.CL. : B01J 7/00 G01N 1/00

TITLE : PRODUCTION OF WATER STANDARD
GAS



ABSTRACT : PURPOSE: To obtain a water standard gas of a prescribed moisture concn. easily and surely by supplying gaseous raw materials of a prescribed concn. continuously from a bomb, allowing the gases to react to produce water and humidifying the remaining gases with said water.

CONSTITUTION: Gaseous raw materials such as, for example, an inert gas contg. oxygen of a prescribed concn. and hydrogen of a concn. higher than twice equiv. the concn. of oxygen, or air contg. a hydrogen-contg. compd. such as hydrocarbon or the like which is a source for supplying hydrogen of a prescribed concn, or gaseous hydrogen contg. an oxygen-contg. compd. which is a source for supplying oxygen of a prescribed concn. are filled in a gas bomb 1 filled with the gaseous raw materials. The gaseous raw materials are fed to a reactor 4, where the materials are heated and the water corresponding to the content of the oxygen or hydrogen contained in the gaseous raw materials is produced continuously. Since the remaining gases which do not contribute to the reaction are humidified by the produced water, the water standard gas of a prescribed moisture concn. is produced continuously. Said gas is discharged through a discharge port 7.

COPYRIGHT: (C)1983,JPO&Japio

THIS PAGE BLANK (USPTO)

⑩ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭58—49431

⑬ Int. Cl.³
B 01 J 7/00
G 01 N 1/00

識別記号
1 0 2

庁内整理番号
7202—4G
6430—2G

⑭ 公開 昭和58年(1983)3月23日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 3 頁)

⑮ 水標準ガスの製造方法

⑯ 特 願 昭56—145580
⑰ 出 願 昭56(1981)9月17日
⑱ 発 明 者 前田恒昭

三鷹市牟礼4丁目2番地26号
⑲ 出 願 人 電気化学計器株式会社
武蔵野市吉祥寺北町4丁目13番
14号
⑳ 代 理 人 弁理士 高畑靖世 外1名

明 細 書

1 発明の名称

水標準ガスの製造方法

2 特許請求の範囲

同一もしくはそれぞれ異なるポンベに充填された所定濃度の酸素又は含酸素化合物含有ガスと所定濃度の水素又は含水素化合物含有ガスとを気相中において連続的に反応させて水を合成し、この水で反応の残余ガスを加湿することにより、化学量論的に算出される所定濃度の水分含有ガスを発生させることを特徴とする水標準ガスの製造方法。

3 発明の詳細な説明

本発明は所定濃度の水分を含有する標準ガスの製造方法に関し、更に詳述すれば酸素又は含酸素化合物と、水素又は含水素化合物とを連続的に反応させて水を合成し、この水で反応の残余ガスを加湿することにより、化学量論的に計算された水分量を含有する水標準ガスの製造方法に関する。

従来、気体中の水分を連続して測定する装置と

して、赤外線ガス分析計、ガスクロマトグラフ等があるが、これらを用いて水分濃度を測定する場合には、装置を校正するために一定濃度の水分を含有する標準ガス(水標準ガス)が必要である。しかし、水は腐蝕性、吸着性が強く、かつ沸点も比較的高いため、水標準ガスを調製することは非常に困難で、しかも一定濃度の水標準ガスをポンベ等に充填して保存しておき、必要な時にポンベ等から取り出して使用する如きことはほとんど不可能なことで、従って一般には測定する試料ガスを用いてこれを校正前の測定装置に導き、この装置の指示値を記録すると共に、別途同一試料ガスを吸収液に導いて試料ガス中の水分を吸収液に吸収させた後、カールフィッシャー法で分析して水分濃度を決定し、これを用いて測定装置の目盛を校正したり、吸収剤に試料ガス中の水分を吸収させてその重量変化を求めることにより水分濃度を決定し、同様の方法で測定装置の目盛を校正したりすることが行なわれている。

しかし、これらの方法による場合には吸収液又

は吸収剤が必要であり、これらのものは高価かつ保存が面倒であること、水分濃度の決定に長時間を要すること、校正が間接的で信頼性に乏しいこと等の問題があり、所望濃度の水標準ガスの簡易な製造が強く望まれていた。

本発明は上記事情に鑑みなされたもので、所定濃度の原料ガスをボンベから連続的に供給すると共に、この原料ガスを用いて連続的に所定濃度の水標準ガスを製造する水標準ガスの製造方法を提供することを目的とする。

即ち、本発明は同一もしくはそれぞれ異なるボンベに充填された所定濃度の酸素又は含酸素化合物含有ガスと所定濃度の水素又は含水素化合物含有ガスを、必要によりバランスガスの存在下に、気相中において連続的に反応させて水を合成することにより、化学量論的に算出された所定濃度の水分を含有する水標準ガスを製造するものである。

以下、本発明の一実施例につき第1図を参照して説明する。

第1図は本発明の実施に使用する水標準ガス製

この反応炉4は石英等の耐熱性パイプ5にニクロム線6等を巻く等の手段で加熱できるようにしてあり、前記原料ガスはこの反応炉4内で加熱されることにより、酸素又は含酸素化合物中の酸素と水素又は含水素化合物中の水素とが化合して水を生成するものであるが、この場合水の生成量は原料ガス中の酸素、含酸素化合物、水素又は含水素化合物の濃度を適定することにより任意に設定することができる。また、この反応炉4には反応を促進させる触媒を充填することもでき、例えばパラジウム系触媒を使用して炭化水素を酸化したり $(O_2 + H_8 \xrightarrow{Pd} 3O_2 + 4H_2O \text{ 等})$ 、ニッケル系触媒を使用して炭素酸化物を還元して水を生成させたり $(CO + 3H_2 \xrightarrow{Ni} H_2O + 0H_4 \text{ 等})$ 、更には酸化剤のように酸素を供給し得る化合物を充填しておき、これに所定濃度の水素ガスを送って水を生成させたりすることもできる。加熱温度は触媒の使用の有無によっても異なるが、通常300℃以上、好ましくは350℃以上である。

このようにして原料ガスは反応炉4に送られ、

特開昭58- 49431 (2)

造装置の一例を示すもので、図中1は原料ガスを充填したガスボンベである。このボンベ内には、例えば所定濃度の酸素と酸素の2倍当量以上の濃度の水素とを含有する不活性ガス（この場合には、酸素及び水素は低濃度であるので燃発のおそれはない）又は所定濃度の水素の供給源である炭化水素等の含水素化合物を含有する空気又は所定濃度の酸素の供給源である含酸素化合物を含有する水素ガス等の原料ガスが充填されている。含水素化合物としては炭素数が1～4の低沸点炭化水素類が、また含酸素化合物としては一酸化炭素、二酸化炭素等の炭素酸化物、亜硫酸ガス等のイオウ酸化物、亜酸化窒素等の窒素酸化物などの低沸点ガス状酸化物が好ましい。これらの酸素、水素、含酸素化合物又は含水素化合物は、通常窒素等の不活性ガス、空気等のバランスガスで所定濃度に希釈されている。

上記ボンベ1内の原料ガスは流量調整弁2を通り、ここで流量を所定値に調節された後、圧力メーターを経由して反応炉4に流入する。

ここで加熱されて原料ガス中に含まれている酸素又は水素の量に応じた水が連続的に製造され、これにより原料ガス中に含まれている反応に参与しない残余ガスが加湿されて所定水分濃度の水標準ガスが連続的に製造され、水標準ガス取出口7から取出される。

本実施例においては、予め所定濃度に設定した原料ガスを反応炉に導き、ここで原料ガス中の酸素（含酸素化合物）と水素（含水素化合物）とを反応させて連続的に水を発生させ、これにより残余ガスを加湿するようにしたので、原料ガスの流量に拘係なく、所定水分濃度の水標準ガスが簡単かつ確実を得られる。そして、原料ガスはボンベに充填されているので特徴が簡単であり、このため任意の場所で任意の時に水標準ガスを発生できる上、供給される原料ガスは常に一定の組成であるから、これにより製造される水標準ガスの水分濃度も正確に一定に保たれて変動がない。更に、製造した水標準ガスの水分濃度は低濃度範囲ではほぼ原料ガス中の酸素濃度の2倍に、厳密には化

学量論的に簡単に算出でき、しかもこの値は間接的な測定値とは異なる直接値である。

第2図は本発明の実施に使用する水素率ガス製造装置の他の例を示すもので、この場合には一方のポンプ1 Aに窒素等のバランスガスと所定濃度の酸素(又は含酸素化合物)とを混合した原料ガスを充填しておき、また他方のポンプ1 Bに窒素等のバランスガスと所定濃度の水素(又は含水素化合物)とを混合した原料ガスを充填しておき、この両ポンプ1 A、1 Bからそれぞれ供給される原料ガスを混合した後、反応炉4に通びており、その他の構成及び効果は上記例とはほぼ同様であるので、同一構成部分に同一参照番号を付して、その説明を省略する。

なお、上記実施例においては反応炉の加熱に電熱ヒーターを用いたがこれに限られず、更に含水素化合物及び含酸素化合物も上記化合物に限られず、その他本発明の要旨を逸脱しない範囲で種々変形して差支えない。

而して、本発明は同一もしくはそれぞれ異なる

ポンプに充填された所定濃度の酸素又は含酸素化合物含有ガスと所定濃度の水素又は含水素化合物含有ガスとを気相中において連続的に反応させて水を合成し、この水で反応の残余ガスを加湿することにより、化学量論的に算出される所定濃度の水素率ガスを簡単に発生させることができ、この場合原料ガスはポンプから供給される一定組成のものであるから、これにより製造される水素率ガスの組成も一定で変動のない信頼性の高いものである等の特長を有する。

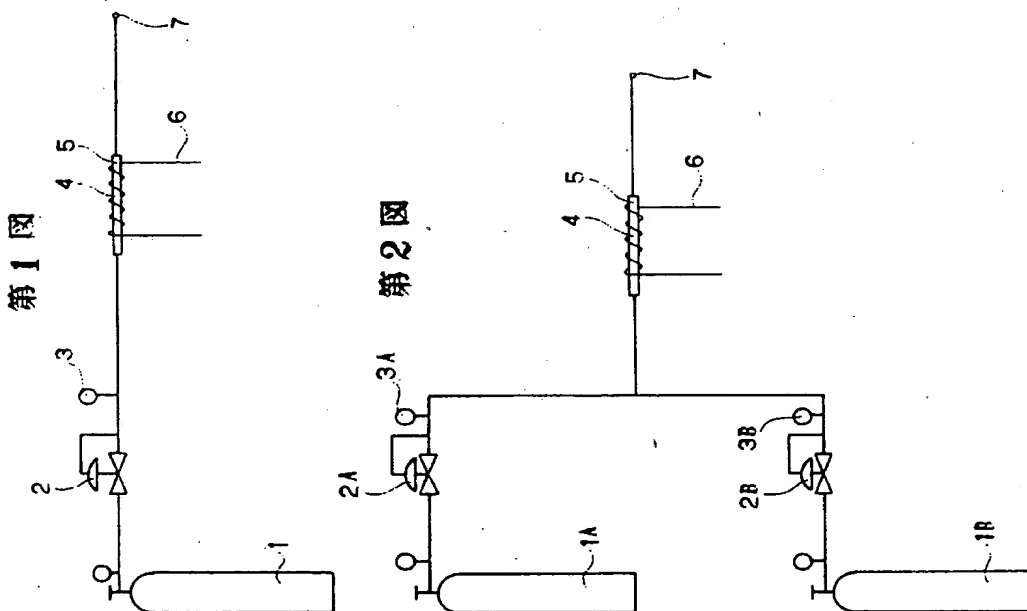
4. 図面の簡単な説明

第1図及び第2図はそれぞれ本発明の実施に使用する水素率ガス製造装置の異なる例を示す概略側面図である。

- 1, 1 A, 1 B…ポンプ、2, 2 A, 2 B…流量調整弁、3, 3 A, 3 B…圧力メーター、4…反応炉、5…パイプ、6…ニクロム線、7…水素率ガス取出口。

出 願 人 電気化学計器株式会社

代 理 人 井堀士 高 畑 尚 世
井堀士 小 崎 隆 司



THIS PAGE BLANK (USPTO)